

热处理对高Nb-TiAl合金板材组织及力学性能的影响*

沈正章 梁永锋 王艳丽 郝国建 张来启 林均品

(北京科技大学 新金属材料国家重点实验室 北京 100083)

摘要 研究了不同热处理工艺对高Nb-TiAl合金板材的显微组织及力学性能的影响。采用铸锭原料直接包套热轧制备的板材主要由残余粗化的片层团、再结晶 γ 晶粒和沿轧制方向带状分布的 β 相组成。通过不同的热处理工艺可以消除残余片层和 β 相, 分别获得典型的双态组织、近片层组织和全片层组织。对热处理后具有双态组织的板材进行了室温和高温力学性能测试, 结果表明: 经热处理后, 热轧板材的室温延伸率达到0.5%, 屈服强度和抗拉强度分别提高到646 MPa和691 MPa, 与铸态相比, 其室温强度和塑性得到了改善, 在850–900℃之间材料发生韧脆转变, 并且相应断裂机理从脆性的穿晶断裂转变为孔洞的形核和聚集。

关键词 金属材料, 高Nb-TiAl合金, 包套热轧, 热处理, 双态组织, 力学性能

分类号 TG146

文章编号 1005-3093(2015)09-0649-07

Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of High Nb-TiAl Alloy Sheet

SHEN Zhengzhang LIANG Yongfeng WANG Yanli HAO Guojian ZHANG Laiqi
LIN Junpin**

(State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

*Supported by National Basic Research Program of China No.2011CB605501.

Manuscript received September 30, 2014; in revised form January 26, 2015.

**To whom correspondence should be addressed, Tel: (010) 62332192, E-mail: linjunpin@ustb.edu.cn

ABSTRACT Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of a high Nb-containing TiAl alloy sheet was investigated, which was fabricated by directly hot-rolling a packed alloy ingot. The obtained sheet mainly consisted of remnant coarsening lamella, recrystallized γ grains and strip-like β phase along rolling direction. Followed by variant heat treatments, the coarse lamella and β phase were eliminated, and various typical microstructures were appeared, such as duplex, near fully lamellar and fully lamellar ones. Mechanical properties of the sheet with duplex microstructure were tested at room and high temperatures respectively. The results showed that the strength and ductility of the sheet at room temperature were improved after heat treatment. The brittle-ductile transition temperature was in the range of 850–900℃, and the corresponding fracture mode transformed from transgranular fracture to the nucleation and coalescence of voids.

KEY WORDS metallic materials, high Nb-TiAl alloy, hot-pack rolling, heat treatment, duplex microstructure, mechanical property

钛铝基合金具有较低的密度, 优异的高温强度、抗氧化性和抗蠕变性能, 是一种极有发展潜力的轻质高温结构材料^[1, 2]。尽管通过合金化和组织控制可以提高其力学性能, 但是普通钛铝基合金使用温

度仍低于850℃。相比于普通钛铝基合金, 高Nb-TiAl基合金由于高熔点合金元素Nb的添加, 有效地提高了合金的熔点和有序化温度, 其使用温度可提高到900℃及以上。同时, 高Nb-TiAl基合金还具有更好的抗氧化性能, 且兼具钛铝合金密度小、晶体结构简单和易于通过控制显微组织进而改善性能的优点^[3]。

经过多年的基础研究, 高Nb-TiAl基合金目前

* 国家重点基础研究发展计划2011CB605501资助项目。
2014年9月30日收到初稿; 2015年1月26日收到修改稿。
本文联系人: 林均品, 教授

已经进入实用化阶段,其板材的制备和应用是实现其实用化的一个重要研究方向。目前,钛铝合金板材制备方法主要有铸锭冶金法^[4-6]和粉末冶金法^[7,8],然而两者工艺均比较复杂,对设备要求较高。因此,有必要开发出一种短流程高效率的制备工艺。本课题组基于此开发出了一种冶金铸锭直接包套热轧制备大尺寸高Nb-TiAl合金板材的制备工艺。热轧板材的性能不仅取决于合金成分、制备工艺,同时取决于后续的热处理工艺等。轧后热处理工艺的制定对板材的组织 and 性能具有重要意义。本文主要研究热处理工艺对轧后显微组织和力学性能的影响。

1 实验方法

实验用合金名义成分为Ti-45Al-8.5Nb-0.2B-0.2W-0.02Y,合金铸锭由等离子冷床炉熔炼制得,铸锭重2 t。随后直接从铸锭上切取尺寸为120 mm×80 mm×15 mm的长方形坯料,装入特殊设计的不锈钢包套中,包套焊接后进行包套热轧。开轧温度为1280℃,轧前保温30 min,道次压下量平均为25%,道次回炉时间为15 min。经过4道次热轧后,板材的平均厚度为4.5 mm,总变形量达到了70%。

合金相变点的确定对热处理工艺参数的选择非常重要。综合差热分析和金相显微组织观察,该高

Nb-TiAl合金几个重要相变点温度为:(1)由 α 单相区进入 $\alpha+\gamma$ 两相区的温度为1330℃;(2)在 $\alpha+\gamma$ 两相区中, α 与 γ 相体积分数相等的温度为1250℃;(3)共析温度为1175℃。从热轧板材上线切割取出若干10 mm×10 mm的正方形小样,在箱式炉中进行热处理。热轧板材热处理工艺的具体参数见表1。

分别从铸锭和板材轧向上通过线切割切取室温与高温拉伸板状试样,试样的标距部分为14 mm×4 mm×1.5 mm,在CM75105电子万能实验机上测试板材的室温和高温力学性能,拉伸应变速率为 $5\times10^{-4}\text{ s}^{-1}$ 。

为了便于分析显微组织演变,所有的观察面都为板材的纵截面。利用Supra 55型扫描电镜背散射电子成像模式(BSE-SEM)研究试样的铸态组织、轧后组织和热处理组织。BSE-SEM观察用试样通过电解抛光方法制备,电解液为65%甲醇+30%正丁醇+5%高氯酸(体积分数)。用Inca X-Max型能谱仪(EDS)和APD-10型X射线衍射仪(XRD, $\text{CuK}\alpha$)分别分析组织成分与相组成。

2 结果与讨论

2.1 原始铸态组织

图1为高Nb-TiAl合金的铸态组织。从图1a可以看出,铸态组织为典型的近片层组织,主要由层片

表1 高Nb-TiAl合金热轧板材的热处理工艺
Table 1 Heat treatment processes of high Nb-TiAl alloy sheet

| No. | Heat treatment | Microstructure |
|-------|---------------------------------|----------------|
| HT1-1 | 1250℃/8 h+900℃/1 h+FC | DP |
| HT1-2 | 1250℃/16 h+900℃/1 h+FC | |
| HT1-3 | 1250℃/24 h+900℃ 1 h+FC | |
| HT2 | 1300℃/1 h+1250℃/4 h+900℃/1 h+FC | DP |
| HT3 | 1320℃/30 min+900℃/1 h+FC | NFL |
| HT4 | 1335℃/30 min+900℃/1 h+FC | FL |

Note: DP: duplex; NFL: near fully lamella; FL: fully lamella

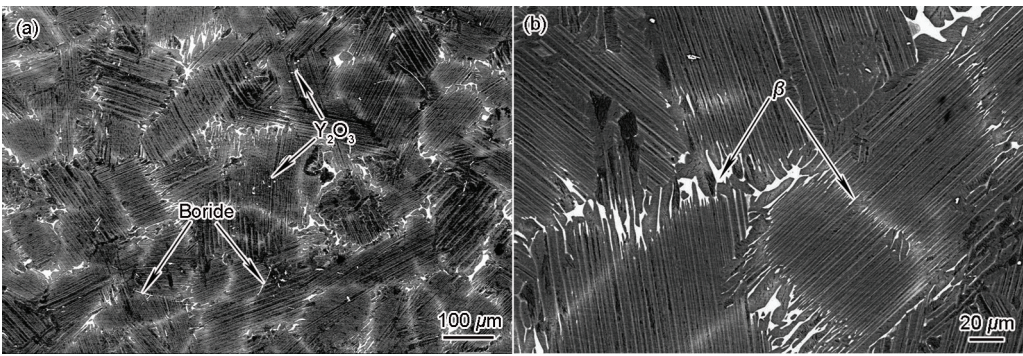


图1 高Nb-TiAl基合金的铸态组织
Fig.1 Microstructure of as-cast high Nb-TiAl alloy, (a) low magnification, (b) β phase

chinaXiv:202303.00252v1

状晶团($\alpha+\gamma$)和少量分布在片层团间的白色衬度 β 相及黑色衬度等轴 γ 晶粒组成。由于硼元素添加和 β 凝固路线, 片层团尺寸比较细小, 约为150 μm 。同时, 微量元素B和Y的添加导致在片层团晶界和内部存在少量的白色点状和条状的硼化物以及少量点状 Y_2O_3 。进一步观察发现(图1b), β 相不仅存在于片层团间, 而且在片层团内也有分布, 这分别是由 β 偏析和 α 偏析造成的。铸态高Nb-TiAl合金EDS微区成分分析(表2)表明, β 相富含Nb和W、贫Al, 说明Nb和W是 β 稳定元素。铸态合金的XRD谱(图2)进一步证明 β 相的存在。

2.2 轧态组织

高Nb-TiAl合金铸锭经包套热轧后, 板材的BSE显微组织像如图3所示。从图3a可以看出, 轧后的组织主要由再结晶 γ 晶粒, 残余片层团和沿轧向呈带状分布的 β 相组成。图3b显示残余片层团主要由粗化的 γ 板条构成, 表明在热轧过程中, 片层团发生 γ 粗化。从高倍BSE照片(图3c)可以观察到, 等轴的再结晶晶粒沿轧向被拉长, 并且在三叉晶界处存在白色衬度的 β 相。对硼化物观察发现, 针状硼化物经热轧后被破碎成几段(图3d)。破碎的硼化物有利于后续的组织控制和力学性能的改善。

2.3 热处理对轧态显微组织的影响

根据高Nb-TiAl合金相图, 为了获得均匀细小

的双态组织, 应在 α 相和 γ 相含量相等的($\alpha+\gamma$)相区保温。为此, 分别设计两种不同的热处理制度, 如表1所示。

经过HT1热处理后, 显微组织如图4所示。在1250 $^{\circ}\text{C}$ 保温8 h后(图4a), 沿轧向呈带状分布的白色衬度 β 相部分逐渐溶解, 转变成 α 相, 并且残余片层开始分解。延长保温时间到16 h(图4b), 白色衬度的 β 相全部消失, 仍存在少量的片层团。当保温时间达

表2 铸态高Nb-TiAl合金EDS成分分析
Table 2 EDS composition analysis of as-cast high Nb-TiAl alloy (% atomic fraction)

| Element | Lamellar | β | γ |
|---------|----------|---------|----------|
| Ti | 43.12 | 50.13 | 40.61 |
| Al | 47.93 | 36.66 | 49.32 |
| Nb | 8.89 | 12.77 | 9.99 |
| W | 0.06 | 0.44 | 0.09 |

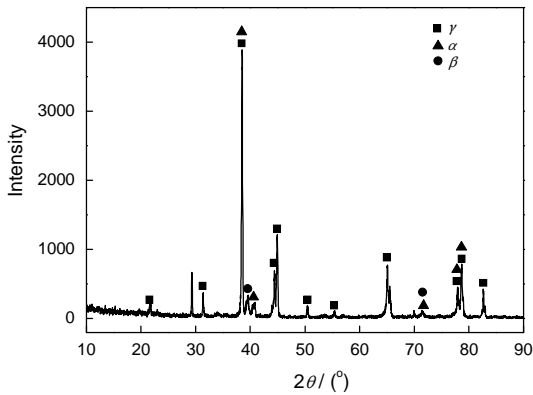


图2 铸态高Nb-TiAl合金XRD谱
Fig.2 XRD spectrum of as-cast high Nb-TiAl alloy

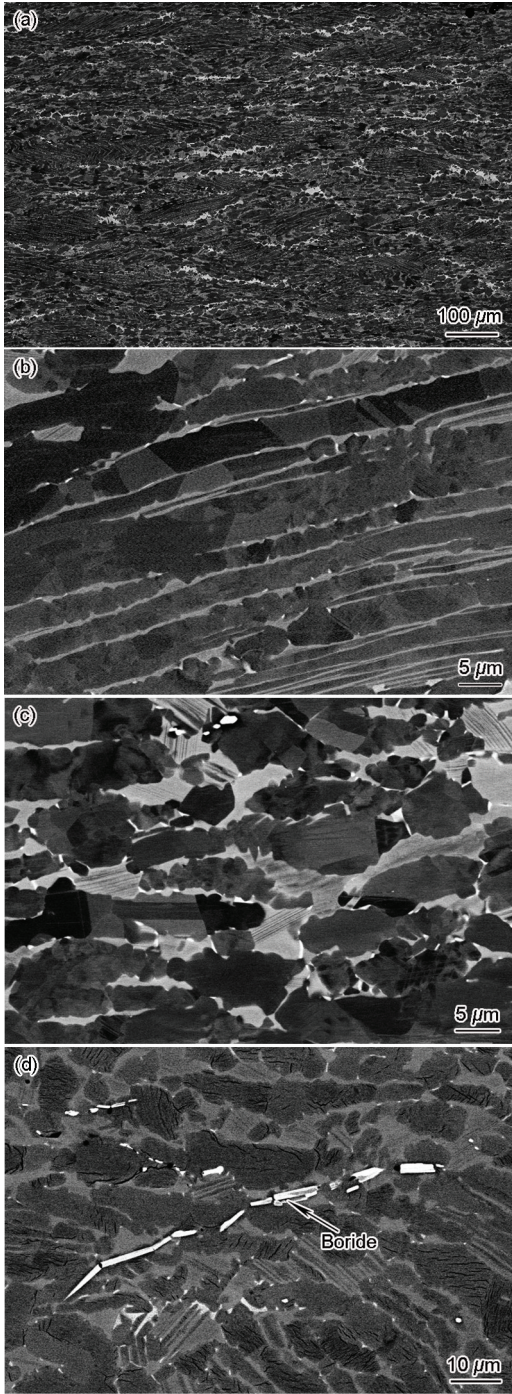


图3 经4道次热轧后板材的显微组织
Fig.3 Microstructure of sheet after 4-pass hot rolling, (a) low magnification, (b) remnant lamella colony, (c) recrystallized grains, (d) boride

到24 h后(图4c), 残余片层团全部分解, 得到了均匀细小的双态组织, 平均晶粒尺寸约 $30\ \mu\text{m}$ 。值得注意的是, 粗化片层团转变的晶粒与其周围晶粒大小几乎相等。由于 γ 相和 α 相含量相同, 两相相互钉扎作用强烈, 因此, 长时间保温没有导致晶粒长大。

热轧板材经HT2热处理后, 显微组织为不均匀的双态组织(图5a)。根据相图分析, 在 $\alpha+\gamma$ 两相区, 随着温度的升高, α 相增加, γ 相减少。当在 1300°C 保温时, γ 相体积分数远低于 α 相, 所以 γ 相相对 α 相的钉扎作用减弱, 导致部分 α 相长大, 形成粗大的 α 相。随炉冷却过程中, γ 相沿着 α 相的(0001)面析出, 从而形成粗大的片层团(图5b), 其片层团尺寸达到了 $100\ \mu\text{m}$ 左右。

经HT3和HT4工艺热处理后, 残余片层团和 β 相在较短的时间内就得到了消除, 分别获得近片层

和全片层组织。经HT3热处理后, 由于晶界处少量的 γ 晶粒存在, 获得相对比较均匀的近片层组织(图6a)。而经HT4热处理后, 由于在 α 单相区保温, α 晶粒异常长大, 导致全片层组织明显粗化, 并且片层团尺寸极不均匀(图6b)。

2.4 力学性能和断口形貌

高Nb-TiAl板材通过热处理工艺HT1-3, 消除残余片层和 β 相, 获得典型均匀细小的双态组织。对具有双态组织的板材进行室温和高温力学性能测试。从图7可以看出, 相比于原始的铸态组织, 其室温塑性和强度得到了改善, 室温延伸率从铸态的0.1%提高到0.5%, 屈服强度和抗拉强度分别达到646 MPa和691 MPa, 室温力学性能接近于经二次锻后的性能^[9]。图8为经热处理后具有双态组织的板材高温拉伸性能。随着温度的升高, 屈服强度和抗拉强度逐渐降低, 延

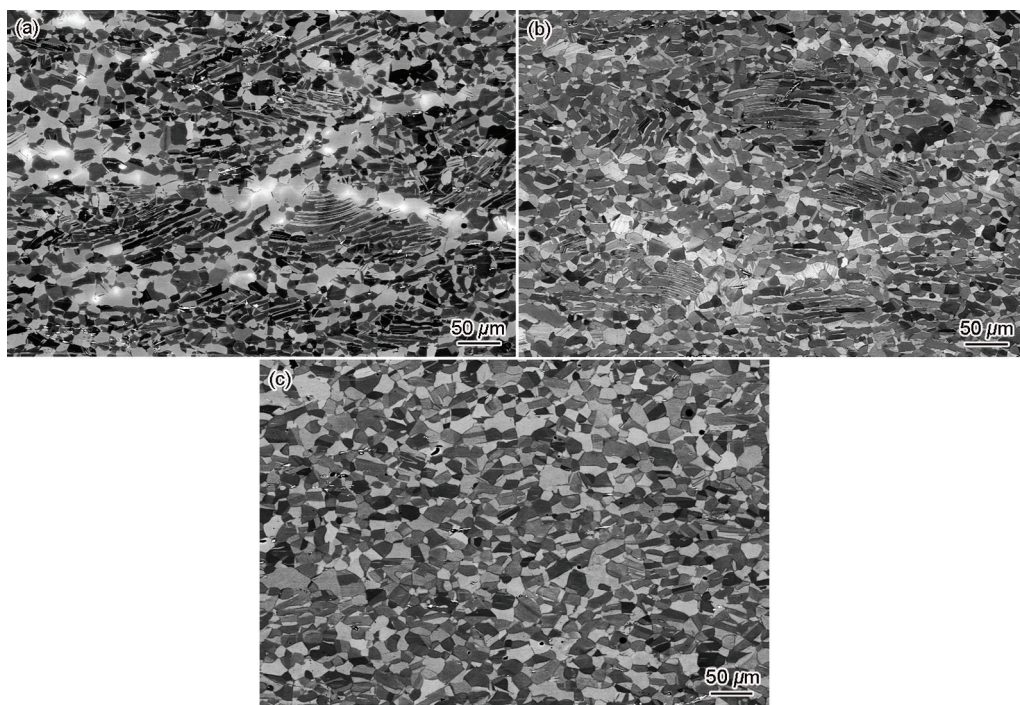


图4 高Nb-TiAl热轧板材经过HT1热处理后的BSE像

Fig.4 BSE images of high Nb-TiAl alloy sheet after the heat treatment of HT1-1 (a), HT1-2 (b) and HT1-3 (c)

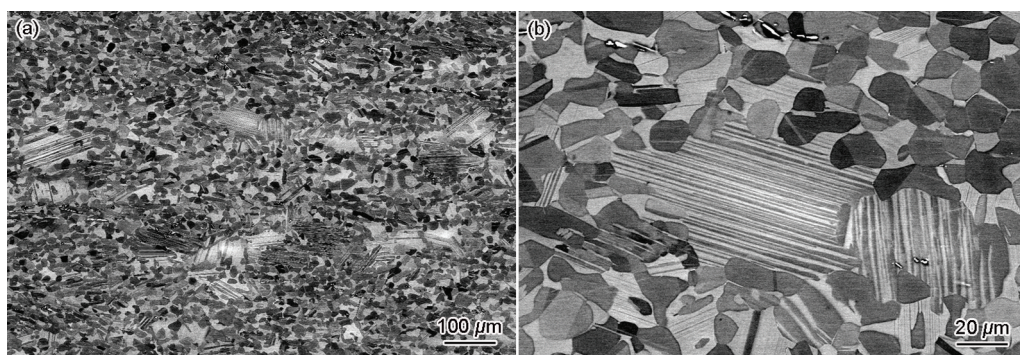


图5 高Nb-TiAl热轧板材经HT2热处理后的BSE像

Fig.5 Low (a) and high (b) magnification BSE images of high Nb-TiAl alloy after heat treatment of HT2

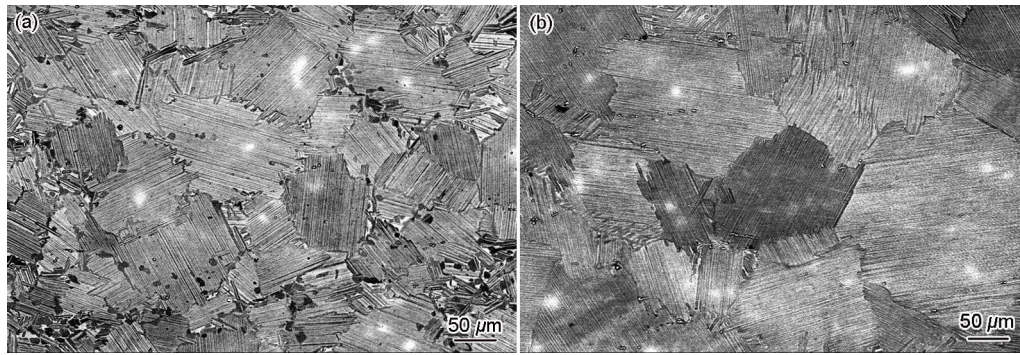


图6 高Nb-TiAl合金板材分别经过HT3和HT4热处理后的BSE像
Fig.6 BSE images of high Nb-TiAl alloy after the heat treatment of HT3 (a) and HT4 (b)

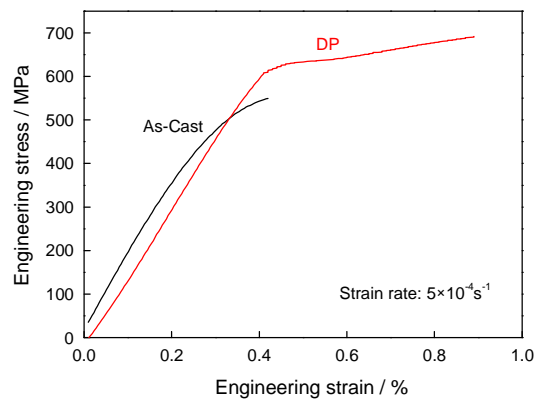


图7 铸态和具有双态组织板材的室温拉伸应力—应变曲线

Fig.7 Tensile engineering stress-strain curves of the as-cast and sheet with DP microstructure at room temperature

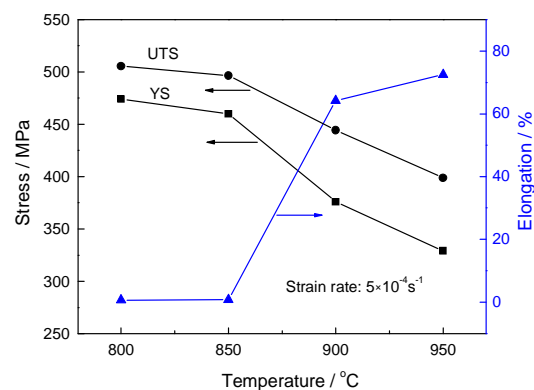


图8 具有双态组织板材的高温拉伸性能

Fig.8 The tensile properties of sheet with DP microstructure at elevated temperature

伸率逐渐增加。当拉伸温度低于850℃时, 延伸率小于1%。但当温度升高到900℃, 延伸率增加到64%, 表明在850℃到900℃之间发生了韧脆转变。

图9为铸态和双态组织板材的室温拉伸断口形貌。可以看出, 铸态试样主要以穿片层和沿片层断裂为主(图9a)。而在轧板的断口组织中有较多的解理面, 断裂主要以穿晶解理断裂为主(图9b), 两者均

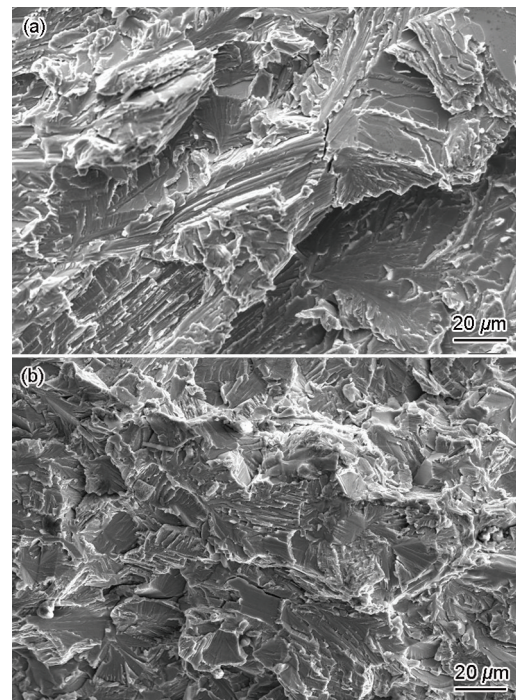


图9 室温拉伸断口形貌

Fig.9 Fracture morphologies of tensile samples in as-cast (a) and DP microstructure (b) at room temperature

呈脆性断裂模式。

图10为在不同温度下轧板的高温拉伸断口形貌。可以观察到在850℃变形时, 断裂以穿晶和沿晶混合断裂为主; 而在900℃变形时, 断口由大量微孔和较大孔洞组成, 并且存在韧窝, 表明在900℃变形时, 断裂主要以孔洞形核和聚集的韧性断裂为主。因此可以得出, 随着变形温度的升高, 双态组织的断裂模式从穿晶或者沿晶的脆性断裂转变为孔洞形核和聚集的韧性断裂行为。

2.5 讨论

在变形TiAl基合金中, 片层团塑性流变行为各向异性导致残余片层团的存在, 对力学性能产生不利影响。特别对于高Nb-TiAl合金, Nb的添加提高片层团的热稳定性^[10], 残余片层团很难通过热处

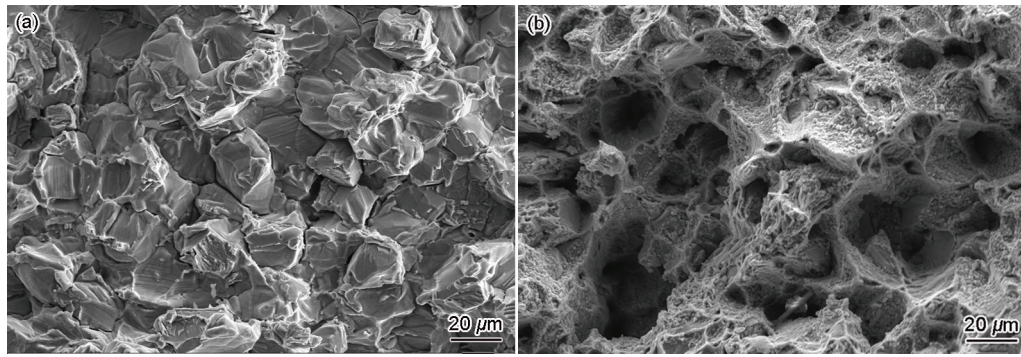


图10 具有双态组织的轧板在不同温度下拉伸断口形貌

Fig.10 Fracture morphologies of sheet with DP microstructure at 850°C (a) and 900°C (b)

理工艺消除。铸态高 Nb-TiAl 合金直接包套热轧后,残余的片层团明显发生粗化,γ板条粗化明显。因此,其热稳定性大大降低,为热处理工艺消除提供可能。通过在α+γ两相区保温,残余片层团可以分解成等轴晶粒,所需的保温时间随着温度的升高而减少。Semiatin 的研究指出^[11],为了降低表面能,片层团中的细小层片先经过粗化,然后粗化的层片通过静态球化而转变为等轴晶。本文中,包套热轧后残余片层团中的层片已经粗化,在保温过程中只需经静态球化即可形成等轴晶。

在热加工中,无序β相独立滑移系较多易变形,而且相比于α和γ相更软,在片层团间起润滑作用,所以能够缓解应力集中,避免开裂。因此β相的存在有利于提高 TiAl 基合金热变形能力^[12-14]。而室温下,β相一般为有序的 B2 结构,该结构沿(100)解理面的强度较低导致裂纹萌生,极大地损害了合金的力学性能^[15]。因此,在热加工过程中应保留β相,加工完成后再通过后续热处理工艺消除β相。从图3热轧板材的背散射电子显微组织可知,包套热轧后β相的形貌发生改变,但其仍然沿轧向呈带状分布。Nb 和 W 都是β相稳定元素,在凝固中偏析严重,而且 W 的扩散能力较低,整个热轧过程在高温区停留时间较短,因此轧制后β相大量存在。对β相轧制前后的含量统计发现,β相的体积分数一直在6%左右,说明β相并未开始分解。因此,热轧板材的成功制备部分得益于韧性β相的存在。对热轧板材后续热处理的研究表明,随着β相稳定元素 Nb 和 W 的扩散均匀化,β相逐渐分解成为α相;随着温度升高,Nb 和 W 的扩散速率增加,β相消除所需的保温时间缩短。所以,后续热处理可以消除β相,从而消除其对合金室温力学性能的影响。

TiAl 基合金的双态组织具有较高的强度和良好的塑性。通过控制热处理工艺参数,可以消除β相和残余片层团,获得均匀细小的双态组织。相

比于铸态组织,其室温塑性和强度明显提高,得益于包套热轧导致的组织细化和热处理后的组织均匀化。

3 结 论

1. 通过包套热轧铸态高 Nb-TiAl 基合金,可以制备出大尺寸热轧板材,变形量达 70%。轧后的组织主要由残余片层团、再结晶γ晶粒和沿轧向分布的带状β相组成。

2. 通过控制热处理工艺参数,可以消除β相和残余片层团,获得细小均匀的双态组织、近片层组织和全片层组织。

3. 具有双态组织的板材具有良好的室温力学性能,延伸率为0.5%,屈服和极限抗拉强度分别达到了646和691 MPa,与二次锻后的合金性能相当。

参 考 文 献

- 1 C. T. Liu, Recent advance in ordered intermetallics, *Materials Chemistry and Physics*, **42**(2), 77(1995)
- 2 Y. W. Kim, Intermetallic alloys based on gamma titanium aluminide, *JOM*, **41**(7), 24(1989)
- 3 LIU Zicheng, Research on the micro-alloying and the creep properties of high niobium containing TiAl alloys, Doctoral thesis, University of Science and Technology Beijing(2000)
(刘自成,高铌 TiAl 合金成分及组织优化的研究,博士学位论文,北京科技大学(2000))
- 4 ZHANG Junhong, HUANG Boyun, ZHOU Kechao, Pack rolling of TiAl based alloy, *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, **11**, 1055(2001)
(张俊红,黄伯云,周科朝,包套轧制制备 TiAl 基合金板材,中国有色金属学报, **11**, 1055(2001))
- 5 MIAO Jiashi, LIN Junpin, WANG Yanli, LIN Zhi, CHEN Guoliang, High temperature pack rolling of a high-Nb TiAl alloy sheet, *Rare Metal Materials and Engineering*, **33**(4), 436(2004)
(缪家士,林均品,王艳丽,林志,陈国良,高铌钛铝基合金板材的高温包套轧制,稀有金属材料与工程, **33**(4), 436(2004))
- 6 V. Seetharaman, S. L. Semiatin, Microstructures and tensile properties of Ti-45.5Al-2Nb-2Cr rolled sheets, *Materials Science and En-*

- gineeringA, **299**, 195(2001)
- 7 R. Gerling, F. P. Schimansky, A. Stark, Microstructure and mechanical properties of Ti45Al5Nb + (0-0.5C) sheets, *Intermetallics*, **16**, 689(2008)
 - 8 JIANG Yao, HE Yue hui, TANG Yiwu , LI Zhi , HUANG Baiyun, Fabrication of Ti Al alloy sheets by element powder cold roll forming and reactive synthesis, *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, **14**, 1501(2004)
(江 垚, 贺跃辉, 汤义武, 李 智, 黄伯云, 元素粉末冷轧成形及反应合成制备TiAl合金板材, *中国有色金属学报*, **14**, 1501(2004))
 - 9 GAO Jianfeng, XU Xiangjun, LIN Junping, SONG Xiping, WANG Yanli, LIN Zhi, CHEN Guoliang, LI Shusuo, SU Xikong, HAN Yafang, Effect of hot-forging on the room temperature ductility of high Nb containing TiAl alloy, *Rare Metal Materials and Engineering*, **34**(9), 1497(2005)
(高建峰, 徐向俊, 林均品, 宋西平, 王艳丽, 林 志, 陈国良, 李树索, 苏喜孔, 韩雅芳, 热变形高Nb TiAl合金室温塑性研究, *稀有金属材料与工程*, **34**(9), 1497(2005))
 - 10 G. L. Chen, L.C. Zhang, W. J. Zhang, Microstructural stability of lamellar TiAl-based alloys at high temperature, *Intermetallics*, **7**, 1211 (1999)
 - 11 S. L. Semiatin, B. W. Shanahan, F. Meisenkothen, Hot rolling of gamma titanium aluminide Foil, *Acta Materialia*, **58**, 4446(2010)
 - 12 A. Bartels , H. Kestler, H. Clemens, Deformation behavior of differently processed γ -titanium aluminides, *Materials Science and Engineering A*, **329**, 153(2002)
 - 13 L. Cheng, H. Chang, B. Tang, H. C. Kou, J. S Li, Deformation and dynamic recrystallization behavior of a high Nb containing TiAl alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, **552**, 363(2013)
 - 14 H.Z. Niu, Y.Y. Chen, S.L. Xiao, L.J. Xu, Microstructure evolution and mechanical properties of a novel beta γ -TiAl alloy, *Intermetallics*, **31**, 225(2012)
 - 15 G. E. Fuchs, Supertransus processing of TiAl-based alloys, *Metall. Mater. Trans. A*, **29**, 27(1998)